

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-102320

(43)Date of publication of application : 21.04.1998

(51)Int.Cl. D01F 6/92
D01F 6/62

(21)Application number : 08-255860

(71)Applicant : UNITIKA LTD

(22)Date of filing : 27.09.1996

(72)Inventor : INAGAKI KOJI
KANATSUKI AKIRA

(54) POLYESTER FILAMENT AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a polyester filament suitable for industrial raw materials, especially papermaking canvas yarns, belt fabrics, etc., and excellent in abrasion resistance and resistance to hydrolysis.

SOLUTION: This filament is a filament obtained by adding 0.3-2.0wt.% monocarbodiimide compound to polyethylene terephthalate or a polyester consisting essentially of the polyethylene terephthalate and containing 0.01-5.0wt.% boron nitride having $\leq 1\mu\text{m}$ average particle diameter, $\leq 2\mu\text{m}$ maximum particle diameter and $\leq 11\text{m}^2$ specific surface area and melt-spinning the mixture. The filament has ≥ 1.4 relative viscosity, $\leq 5.0\text{eq/t}$ carboxyl terminal group amount, $\geq 4.0\text{g/d}$ linear strength and $\geq 15\%$ linear cut elongation.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-102320

(43)公開日 平成10年(1998)4月21日

(51)Int.Cl. ⁸	識別記号	F I		
D 0 1 F 6/92	3 0 1	D 0 1 F 6/92	3 0 1 F	
			3 0 1 M	
			3 0 1 Q	
6/62	3 0 6	6/62	3 0 6 C	
審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 6 頁)				

(21)出願番号 特願平8-255860

(22)出願日 平成8年(1996)9月27日

(71)出願人 000004503

ユニチカ株式会社

兵庫県尼崎市東本町1丁目50番地

(72)発明者 稲垣 孝司

京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ株式会社中央研究所内

(72)発明者 金築 亮

京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ株式会社中央研究所内

(54)【発明の名称】 ポリエステルフィラメントとその製造法

(57)【要約】

【課題】 産業資材用、特に抄紙カンバス系用、ベルト布用等に好適な耐摩耗性及び耐加水分解性の優れたポリエステルフィラメントを提供する。

【解決手段】 ポリエチレンテレフタレート又はこれを主体とするポリエステルからなり、平均粒径1 μ m以下、最大粒径2 μ m以下、比表面積11m²/g以下の窒化硼素を0.01~5.0重量%含有し、モノカルボジイミド化合物を0.3~2.0重量%添加して熔融紡糸したフィラメントであって、相対粘度が η 1.4以上、カルボキシル末端基量が η 5.0eq/t以下、直線強度が η 4.0g/d以上、直線切断伸度が15%以上であるポリエステルフィラメント。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ポリエチレンテレフタレート又はこれを主体とするポリエステルからなり、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下、最大粒径 $2\mu\text{m}$ 以下、比表面積 $11\text{m}^2/\text{g}$ 以下の窒化硼素を $0.01\sim 5.0$ 重量%含有し、モノカルボジイミド化合物を $0.3\sim 2.0$ 重量%添加して熔融紡糸したフィラメントであって、相対粘度が 1.4 以上、カルボキシル末端基量が 5.0eq/t 以下、直線強度が 4.0g/d 以上、直線切断伸度が 15% 以上であることを特徴とするポリエステルフィラメント。

【請求項 2】 次の工程を順次行うことを特徴とする請求項 1 記載のポリエステルフィラメントを製造する方法。

(A) 熔融重合法によって相対粘度が $1.25\sim 1.45$ のプレポリマーを製造する工程、(B) プレポリマーを固相重合して相対粘度が 1.43 以上（ただし、プレポリマーの相対粘度よりも大）のポリエステルの製造する工程、(C) ポリエステルに、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下、最大粒径 $2\mu\text{m}$ 以下、比表面積 $11\text{m}^2/\text{g}$ 以下の窒化硼素 $0.01\sim 5.0$ 重量%及びモノカルボジイミド化合物 $0.3\sim 2.0$ 重量%を添加して熔融紡糸し、相対粘度が 1.40 以上、カルボキシル末端基量が 5.0eq/t 以下のフィラメントを得る工程、(D) フィラメントを延伸、熱処理し、直線強度が 4.0g/d 以上、直線切断伸度が 15% 以上のフィラメントを得る工程。

【請求項 3】 次の工程を順次行うことを特徴とする請求項 1 記載のポリエステルフィラメントを製造する方法。

(a) 熔融重合法によって、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下、最大粒径 $2\mu\text{m}$ 以下、比表面積 $11\text{m}^2/\text{g}$ 以下の窒化硼素を $0.01\sim 5.0$ 重量%含有し、相対粘度が $1.25\sim 1.45$ のプレポリマーを製造する工程、(b) プレポリマーを固相重合して相対粘度が 1.43 以上（ただし、プレポリマーの相対粘度よりも大）で、カルボキシル末端基量が 20.0eq/t 以下のポリエステルの製造する工程、(c) ポリエステルに、モノカルボジイミド化合物を $0.3\sim 2.0$ 重量%添加して熔融紡糸し、相対粘度が 1.40 以上、カルボキシル末端基量が 5.0eq/t 以下のフィラメントを得る工程、(d) フィラメントを延伸、熱処理し、直線強度が 4.0g/d 以上、直線切断伸度が 15% 以上のフィラメントを得る工程。

【請求項 4】 請求項 1 記載のポリエステルフィラメントの抄紙カンバス系としての使用。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、産業資材用、特に抄紙カンバス系用、ベルト布用等に好適な耐摩耗性及び耐加水分解性を兼備したポリエステルフィラメントとその製造法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 ポリエステルフィラメントは、物理的性質、耐薬品性、耐熱性、耐候性、耐電気絶縁性等の点で

優れた性質を有しており、従来、産業資材用フィラメントとして広く使用されてきた。この産業資材用途の中でも、特に抄紙カンバス系用として使用されるフィラメントは、抄紙プレスゾーン並びにその後の乾燥ゾーン等の工程に使用されるため、フィラメント同士、フィラメントとローラ、あるいはフィラメントと抄紙に含有されている無機粒子等との摩擦により劣化を起し、また、高温多湿状態にさらされ、熱、水、水蒸気の影響で熱及び加水分解劣化が起こることが知られている。

【0003】 フィラメントの耐摩耗性を高める方法として、金属粒子を添加する方法（特開平 3-76813 号）、ケイ素化合物でフィラメント表面をコーティングする方法（特開平 3-249273 号、特開平 3-269169 号）、ポリエステルとナイロンとの芯鞘型複合フィラメントとする方法（特開平 2-145894 号）等が提案されている。これらの方法によれば、耐摩耗性はある程度改善されたフィラメントを得ることが可能であるが、耐加水分解性が低く、また、ローラ表面等で接触する部分が摩耗劣化するという問題があった。

【0004】 一方、耐加水分解性を高める方法として、ポリエステルのカルボキシル末端基量を低減する方法が知られており、例えば、カルボジイミド化合物を添加する方法（特公平 1-15604 号、特開平 3-104919 号、特開平 4-289221 号）が提案されている。この方法によれば、耐加水分解性はある程度改善されたフィラメントは得られるが、耐摩耗性に劣るという問題があった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、優れた耐摩耗性と耐加水分解性とを兼備したポリエステルフィラメントとその製造法を提供しようとするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、この課題を解決するため鋭意検討の結果、特定条件で製造したポリエステルに、特定条件を満たす窒化硼素を含有させ、モノカルボジイミド化合物を添加して熔融紡糸し、延伸、熱処理することによりこの目的が達成されることを見出し、本発明に到達した。

【0007】 すなわち、本発明の要旨は、次のとおりである。

(1) ポリエチレンテレフタレート又はこれを主体とするポリエステルからなり、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下、最大粒径 $2\mu\text{m}$ 以下、比表面積 $11\text{m}^2/\text{g}$ 以下の窒化硼素を $0.01\sim 5.0$ 重量%含有し、モノカルボジイミド化合物を $0.3\sim 2.0$ 重量%添加して熔融紡糸したフィラメントであって、相対粘度が 1.4 以上、カルボキシル末端基量が 5.0eq/t 以下、直線強度が 4.0g/d 以上、直線切断伸度が 15% 以上であることを特徴とするポリエステルフィラメント。

【0008】 (2) 次の工程を順次行うことを特徴とする上記 (1) 記載のポリエステルフィラメントを製造する方法。

(A) 熔融重合法によって相対粘度が1.25~1.45のプレポリマーを製造する工程、(B) プレポリマーを固相重合して相対粘度が1.43以上（ただし、プレポリマーの相対粘度よりも大）のポリエステルを製造する工程、(C) ポリエステルに、平均粒径1 μm 以下、最大粒径2 μm 以下、比表面積11m²/g以下の窒化硼素0.01~5.0 重量%及びモノカルボジイミド化合物 0.3~2.0 重量%を添加して熔融紡糸し、相対粘度が1.40以上、カルボキシル末端基量が5.0eq/t以下のフィラメントを得る工程、(D) フィラメントを延伸、熱処理し、直線強度が4.0g/d以上、直線切断伸度が15%以上のフィラメントを得る工程。

【0009】(3) 次の工程を順次行うことを特徴とする上記(1)記載のポリエステルフィラメントを製造する方法。

(a) 熔融重合法によって、平均粒径1 μm 以下、最大粒径2 μm 以下、比表面積11m²/g以下の窒化硼素を0.01~5.0 重量%含有し、相対粘度が1.25~1.45のプレポリマーを製造する工程、(b) プレポリマーを固相重合して相対粘度が1.43以上（ただし、プレポリマーの相対粘度よりも大）で、カルボキシル末端基量が20.0eq/t以下のポリエステルを製造する工程、(c) ポリエステルに、モノカルボジイミド化合物を0.3~2.0 重量%添加して熔融紡糸し、相対粘度が1.40以上、カルボキシル末端基量が5.0eq/t以下のフィラメントを得る工程、(d) フィラメントを延伸、熱処理し、直線強度が4.0g/d以上、直線切断伸度が15%以上のフィラメントを得る工程。

【0010】(4) 上記(1)記載のポリエステルフィラメントの抄紙カンバス系としての使用。

【0011】なお、本発明における相対粘度及びカルボキシル末端基量は、次の方法で測定される値である。

【0012】相対粘度

試料をフェノールと四塩化エタンとの等重量混合物に濃度0.5g/dlとなるように溶解し、温度20℃で、ウベローデ型粘度計を用いて測定する。

カルボキシル末端基量

試料をベンジルアルコールに加熱溶解し、0.1規定の水酸化カリウムベンジルアルコール溶液で滴定して求める。

【0013】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。

【0014】本発明におけるポリエステルとしては、ポリエチレンテレフタレート（PET）が好ましく用いられるが、PETを主体とする共重合ポリエステルや混合ポリエステルを用いることもできる。

【0015】共重合ポリエステルの共重合成分としては、イソフタル酸、コハク酸、アジピン酸、スベリン酸、ドデカン二酸、アゼライン酸、セバシン酸、1,4-ナフタレンジカルボン酸、2,4-ナフタレンジカルボン酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、4,4'-ジフェニ

ルジカルボン酸、ジフェノキシエタンジカルボン酸、1,4-シクロヘキサンジカルボン酸、3-ヒドロキシプロパン酸、4-ヒドロキシブタン酸、 ϵ -カプロラクトン、4-ヒドロキシ安息香酸、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、ハイドロキノン、4,4'-ジヒドロキシジフェニル、ビスフェノールAのエチレンオキシド付加物、1,4-シクロヘキサジオール、1,4-シクロヘキサジメタノール等が挙げられる。また、ポリエステルのゲル化させない範囲で、分子間架橋が可能な構造を有する不飽和ジカルボン酸、不飽和ジオールや3官能以上の成分を共重合してもよい。

【0016】本発明においては、固相重合反応を経て製造された、相対粘度が1.43以上で、カルボキシル末端基量が20.0eq/t以下のポリエステルの熔融紡糸に供することが必要である。このようなポリエステルの得るには、まず、通常の熔融重合法によって、相対粘度が1.25~1.45のプレポリマーを得る。次いで、このプレポリマーのペレットを固相状態で、減圧下又は不活性ガス流通下に加熱して固相重合反応を行い、所定の相対粘度のポリエステルとする。プレポリマーの相対粘度が適当でないと、トータルの重合時間が著しく長くなったり、固相重合後のポリエステルのカルボキシル末端基量を少なくすることができなかつたりするので、プレポリマーの相対粘度を上記の範囲とすることが望ましい。

【0017】固相重合後のポリエステルの相対粘度が1.43以上（ただし、プレポリマーの相対粘度よりも大）のものであることが必要である。この条件が満たされないと製糸性が悪化したり、糸質性能が不十分なものとなると共に、熔融紡糸して得られるフィラメントの相対粘度を1.40以上にすることが困難となる。フィラメントの相対粘度が1.40未満になると摩擦によってフィブリル化を起こす等、耐摩耗性が劣ったものとなり、実用に供することができない。

【0018】なお、固相重合により相対粘度がプレポリマーよりも0.10~0.40程度高くなるように固相重合の条件を選定することが好ましい。この固相重合によりポリエステルのカルボキシル末端基量が減少する共に、オリゴマー等の不純物が除去される。

【0019】また、熔融紡糸に供するポリエステルのカルボキシル末端基量が20.0eq/t以下でないと熔融紡糸して得られるフィラメントのカルボキシル末端基量を十分低減させることが困難であり、仮に、カルボキシル末端基量を低減させる末端基封鎖剤としてのモノカルボジイミド化合物を多量に添加することにより、カルボキシル末端基量を低減させることができるとしても、モノカルボジイミド化合物を多量に添加すると、製糸性の悪化等の問題をひき起こすため、好ましくない。

【0020】また、本発明においては、フィラメントに潤滑性を与え、耐摩耗性を向上させるため、平均粒径1

μm 以下、最大粒径 $2\mu\text{m}$ 以下、比表面積 $11\text{m}^2/\text{g}$ 以下の窒化硼素を $0.01\sim 5.0$ 重量%含有させることが必要である。

【0021】窒化硼素としては、潤滑性に優れる黒鉛型の結晶構造を有する白色のものが好ましい。(炭化ホウ素を含有させてもフィラメントの耐摩耗性を向上させることができるが、炭化ホウ素は灰色をしており、フィラメントを着色させるという問題がある。)

【0022】窒化硼素は、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下、最大粒径 $2\mu\text{m}$ 以下のものであることが必要であり、この条件を満たさない粒径の大きいものは、ポリエステル中に均一に分散させることが困難であると共に、製糸性が悪くなり、目標の糸質物性のフィラメントを得ることができない。

【0023】また、窒化硼素は、比表面積が $11\text{m}^2/\text{g}$ 以下、好ましく $1\sim 10\text{m}^2/\text{g}$ のものであることが必要である。比表面積が $11\text{m}^2/\text{g}$ より大きいものでは、ポリエステルによる被覆面積が大きくなる結果、熔融ポリエステルの流動性が低下し、製糸性が悪化する。しかし、比表面積が小さすぎると粒径が大きくなるため、熔融ポリエステルの流動性が低下したり、濾材や紡糸孔を閉塞させやすく、製糸性が低下すると共に、フィラメントからの粒子の脱離が起こるため、比表面積が $1\text{m}^2/\text{g}$ 以上のものが好ましい。

【0024】窒化硼素を含有させる方法としては、紡糸時に添加する方法と重合時に添加する方法がある。紡糸時に添加する方法では、窒化硼素を高濃度で含有するマスターペレットを紡糸時に所定の濃度になるように添加する方法が粒子の分散性の点から好ましい。重合時に添加する方法では、熔融重合時に重合成分に窒化硼素粒子を含有させ、熔融重合する方法が好ましい。

【0025】さらに、熔融紡糸して得られるフィラメントのカルボキシル末端基量が 5.0eq/t 以下となるようにすることが必要である。フィラメントのカルボキシル末端基量が 5.0eq/t より多いと、長期間の湿潤条件下での使用で糸質物性低下が顕著となり、目標とする耐加水分解性が発現されない。

【0026】このようなカルボキシル末端基量の少ないフィラメントを得るには、固相重合を経て製造されたカルボキシル末端基量の少ないポリエステルを用いると共に、モノカルボジイミド化合物を添加して熔融紡糸することが必要である。

【0027】モノカルボジイミド化合物としては、次の一般式で表されるものが好ましく用いられる。



式中、 R^1 及び R^2 は、2、4 又は 6 の位置の少なくとも一つが低級アルキル基により置換されたフェニル基である。

【0028】このようなモノカルボジイミド化合物の具体例としては、N、N'-ビス (2,6-ジメチルフェニル) カルボジイミド、N、N'-ビス (2,6-ジエチルフェニル) カルボジイミド、N、N'-ビス (2,6-ジイソプロピルフェニル) カルボジイミド、N、N'-ビス (2-イソプロピルフェニル) カルボジイミド等が挙げられる。

【0029】モノカルボジイミド化合物の添加量は、 $0.3\sim 2.0$ 重量%とすることが必要であり、この条件が満たされないと目標性能が発現されない。すなわち、この添加量が 0.3 重量%未満であるとカルボキシル末端基の封鎖が不十分となり、耐加水分解性が満足されず、 2.0 重量%を超えると製糸性が悪化する。なお、モノカルボジイミド化合物の添加量は、熔融紡糸して得られるフィラメントのカルボキシル末端基量が 5.0eq/t 以下となり、未反応のモノカルボジイミド化合物が少量残存する量とする。

【0030】なお、本発明において、上記のような添加物に加えて、必要に応じて、糸質性能に影響を与えない範囲で、二酸化チタン等の顔料、可塑剤、難燃剤等を含有させることができる。

【0031】次に、フィラメントの製造法について説明する。熔融紡糸は、常法によって行うことができるが、紡糸温度は 350°C 以下、好ましくは 310°C 以下とすることが望ましい。紡糸温度が高すぎるとポリエステル及びモノカルボジイミド化合物が熱分解を起こし、円滑な紡糸が困難になると共に、得られるフィラメントの物性が劣ったものとなる。また、ポリエステルの熱分解反応に伴ってカルボキシル末端基が生成し、熔融紡糸時に末端基封鎖剤が多量に消費されてしまい、所望の性能が発揮されない。

【0032】熔融紡糸は、できるだけ分子量低下が起こらないように、紡糸温度や滞留時間を調整して実施し、得られるフィラメントの相対粘度が 1.40 未満とならないようにすることが必要である。すなわち、原料ペレットの相対粘度と得られるフィラメントの相対粘度との差が 0.1 以内になるように紡糸条件を調製することが望ましい。この相対粘度差が大きくなると、得られるフィラメントの相対粘度、カルボキシル末端基量が規定条件を満たしていてもポリエステルの分子鎖の切断が多量に起こっているため、性能の劣ったものとなる。

【0033】紡出されたフィラメントは、 $0\sim 100^\circ\text{C}$ 、好ましくは $20\sim 90^\circ\text{C}$ の液体又は $10\sim 40^\circ\text{C}$ の気体中で冷却される。冷却温度をあまり低くすると温度管理及び作業性等に困難をきたし、高すぎると冷却不足となり、最終的に得られるフィラメントの糸質性能が劣ったものとなる。

【0034】通常、単糸織度の小さいマルチフィラメントの場合は、気体 (空気) を吹き付けることにより冷却し、織度の大きいモノフィラメントの場合は、液体浴を通すことにより冷却する。液体浴で冷却する場合、冷媒としては、水、エチレングリコール (EG)、グリセリ

ン等を使用することができるが、水及びEGが好ましい。工業的に最も扱いやすい冷媒は水であるが、EGは、水に比べて比熱が大きいので、熔融状態のフィラメントをEG浴で冷却すると、より温和な冷却が行われ、その結果、フィラメントはボイド等のない均一なものとなる。

【0035】次いで、冷却固化したフィラメントは、一旦巻き取った後又は巻き取ることなく延伸される。延伸は、延伸点の移動を起こさない65～95℃の温度の液体中又は70～150℃の気体中で3.0～6.0倍の第一段延伸を行い、続いて第一段延伸よりも高温の100～300℃の温度の液体又は気体中で全延伸倍率が5.0～7.0倍となるように第二段目以降の延伸を行う方法を採用して行うことが好ましい。また、この際、全延伸倍率が第一段延伸倍率よりも高くなるように設定する。全延伸倍率が5.0倍未満であると得られるフィラメントの糸質特性、特に直線強度が低くなる。一方、全延伸倍率を7.0倍より大きくするとフィラメント内での塑性変形に分子配向が対応できなくなるため、フィラメント中にマイクロボイドが発生し、満足な性能を示すフィラメントが得られない。延伸温度が上記の範囲より低いと加熱不足となり、延伸斑及び糸切れが発生し、一方、延伸温度が高すぎるとフィラメントの融着及び熱劣化が起こり、好ましくない。

【0036】また、延伸後、150～500℃の温度で1.0～15.0%の弛緩熱処理を行うことが好ましい。熱処理温度が150℃より低いとフィラメントに対する熱処理効果が不十分となりやすく、熱処理時間にも関係するが500℃より高くするとフィラメント表面でポリエステルの熱分解反応が起こり、目標とする性能を示すフィラメントが得られない。また、弛緩率を1.0%未満にすると得られるフィラメントは、熱収縮率の高いものとなり、実用に適さない場合があり、15.0%を超える弛緩熱処理を行うと弛緩熱処理段階で糸のたるみが発生し、操作性が悪いと共に、目標の糸質性能を示さなくなる。

【0037】このようにして得られる本発明のポリエステルフィラメントは、直線強度が4.0g/d以上、直線切断伸度が15%以上という糸質物性を有し、かつ、耐摩耗性及び耐加水分解性を兼備したものであり、産業資材用、特に抄紙カンバス系用として好適である。

【0038】

【作用】本発明のポリエステルフィラメントは、相対粘度が1.40以上で、カルボキシル末端基量が5.0eq/t以下であり、特定条件を満足する窒化硼素を含有し、モノカルボジイミド化合物を添加して熔融紡糸したものである。耐久性のある優れた耐摩耗性及び耐加水分解性を示す。本発明においては、特定条件を満たす窒化硼素を含有することで、フィラメントからの粒子の脱離や粒子の破壊がなく、フィラメント表面の摩擦抵抗が少なくなり、フィラメントの相対粘度が1.40以上であることで、摩耗時の分子鎖切断及び構造破壊の糸質物性に与える影

響が低減されるため、優れた耐摩耗性を発現する。また、低カルボキシル末端基量のポリエステルを用い、これにやや過剰のモノカルボジイミド化合物を添加して熔融紡糸するので、低カルボキシル末端基量のフィラメントが得られ、分子量低下の少ないフィラメントの製造が可能となり、さらに、加水分解に対する耐性が発現し、長期にわたり優れた耐加水分解性を示す。

【0039】

【実施例】次に、実施例によって本発明を具体的に説明する。なお、測定、評価法は、次のとおりである。

(イ) 強伸度

JIS L 1013に準じて測定した。

(ロ) 耐摩耗性

フィラメントサンプルに0.2g/dの荷重をかけ、1000回摩擦した後、強力を測定し、未処理サンプルに対する強力保持率で評価した。

(ハ) 耐加水分解性

フィラメントサンプルを120℃の飽和水蒸気で10日間処理した後、強力を測定し、未処理サンプルに対する強力保持率で評価した。

【0040】実施例1

平均重合度7のPETオリゴマー50kgを重縮合反応槽に仕込み、触媒として三酸化アンチモンを酸成分1モルに対して 2×10^{-4} モルと平均粒径が $0.5 \mu\text{m}$ の二酸化チタンの34重量%EG溶液を二酸化チタンの量が得られるポリエステル全体に対して0.43重量%となる量で添加した。その後、280℃で1時間かけて0.1トルに減圧し、その状態で1時間重縮合反応を行い、払い出してペレット化した。得られたプレポリマーペレットは、相対粘度1.34、カルボキシル末端基量30.9eq/tであった。このペレットを減圧下、220℃で20時間固相重合反応を行い、相対粘度1.55、カルボキシル末端基量15.8eq/tの固相重合ペレットを得た。この固相重合ペレットに、平均粒径 $0.6 \mu\text{m}$ 、最大粒径 $1.3 \mu\text{m}$ 、比表面積 $3.0\text{m}^2/\text{g}$ の窒化硼素を30重量%含有したPET（マスターペレット）を窒化硼素含有量が0.1重量%となる量とN、N'-ビス(2,6-ジイソプロピルフェニル)カルボジイミドを1.8重量%添加して熔融紡糸した。熔融紡糸は、エクストルーダー型紡糸装置を使用し、紡糸温度295℃で、孔径2.0mmの紡糸孔を有する紡糸口金を使用して行い、紡出糸条を70℃の水浴中で冷却し、未延伸糸を得た。この未延伸糸を90℃の水浴中で4.00倍の第一段階目の延伸を行い、次いで250℃の熱風雰囲気下で1.35倍に第二段階目の延伸を行い、全延伸倍率を5.40倍とした。引き続いて400℃の熱風雰囲気下で10%の弛緩熱処理を行い、ポリエステルモノフィラメントを得た。

【0041】実施例2～4

窒化硼素含有量、モノカルボジイミド化合物の添加量及び原料ポリエステルの表1のように変更した以外は実施例1と同様にしてポリエステルモノフィラメントを得

た。

【0042】実施例5

実施例1と同様の方法でプレポリマーペレットを得る際に、平均粒径 $0.6\mu\text{m}$ 、最大粒径 $1.3\mu\text{m}$ 、比表面積 $3.0\text{m}^2/\text{g}$ の窒化硼素を含有させた。このペレットを実施例1と同様に固相重合反応を行い、相対粘度1.55、カルボキシル末端基量16.5eq/tの固相重合ペレットを得た。この固相重合ペレットを用いて、実施例1と同様な条件で製糸し、ポリエステルモノフィラメントを得た。

【0043】比較例1～3

表1に示した条件で実施例1と同様にしてポリエステルモノフィラメントを得た。

【0044】実施例6

実施例5と同じ固相重合ペレットにN、N'-ビス(2,6-ジイソプロピルフェニル)カルボジイミドを1.0重

量%添加して熔融紡糸した。熔融紡糸は、エクストルーダー型紡糸装置を使用し、紡糸温度 295°C で、孔径 0.4mm の紡糸孔を48個有する紡糸口金を使用して行い、紡出糸条を 20°C の空気で冷却し、未延伸糸を得た。この未延伸糸を 90°C に加熱し、第一ローラと 230°C に加熱した第二ローラとの間で6.00倍の延伸を行い、次いで 170°C に加熱して6%の弛緩熱処理を行い、ポリエステルマルチフィラメントを得た。

【0045】比較例4

表1に示した条件で実施例6と同様な条件でポリエステルマルチフィラメントを得た。

【0046】上記の実施例及び比較例で得られたフィラメントの特性を評価した結果を表1に示す。

【0047】

【表1】

	原料ポリエステル		モノカルボジイミド化合物添加量 (wt%)	フィラメント		窒化硼素含有量 (wt%)	繊 度 (d/f)	未 処 理		耐摩耗性 強力保持率 (%)	耐加水分解性 強力保持率 (%)
	相対粘度	COOH量 (eq/t)		相対粘度	COOH量 (eq/t)			強 度 (g/d)	伸 度 (%)		
実施例1	1.55	15.8	1.8	1.50	2.0	0.1	1640/1	5.42	33.1	98	94
実施例2	1.55	15.8	1.8	1.51	2.3	1.0	1645/1	5.23	31.5	99	92
実施例3	1.55	15.8	1.0	1.51	2.1	0.1	1640/1	5.45	33.0	98	92
実施例4	1.45	17.5	1.8	1.40	3.0	0.1	1640/1	4.80	26.1	94	92
実施例5	1.55	14.2	1.8	1.50	1.9	0.1	1640/1	5.45	33.2	98	94
比較例1	1.55	15.8	1.8	1.50	2.5	0	1640/1	5.40	33.0	82	92
比較例2	1.55	15.8	0	1.50	22.3	0.1	1640/1	5.39	32.5	94	測定不能
比較例3	1.45	17.5	1.8	1.38	2.5	0.1	1643/1	5.05	25.0	80	77
実施例6	1.55	14.2	1.0	1.49	3.5	0.1	300/48	7.20	22.0	99	91
比較例4	1.55	14.2	0	1.50	21.0	0.1	300/48	7.40	23.0	98	測定不能

【0048】

【発明の効果】本発明によれば、優れた耐摩耗性と耐加水分解性を長期間にわたって発揮するポリエステルフィ

ラメントが提供される。そして、本発明のポリエステルフィラメントは、産業資材用、特に抄紙カンバス系用、ベルト布用等として好適である。